上海光源 BL02U2 线站掠入射 X 射线衍射仪的研制

廖可梁[1] 郑旭[2] 李钊[2] 薛志鹏[2] 阴广志[2] 张兴民[2] 李晓龙[2] 顾月良[2] 朱佩平[1]

1（济南汉江光电科技有限公司 济南 250002）

2（中国科学院上海高等研究院 上海 201800）

摘要 上海光源 BL02U2 线站已经安装了两台德国 HUBER 公司的衍射仪，为了进一步满足用户对掠入射衍射实验方法的需求，在两台衍射仪之间安装了一台新的掠入射衍射仪。本文介绍了掠入射衍射仪的整体方案，并针对高精度重载大行程位移台、探测器三维调节平台、样品台系统、控制系统等重要模块进行了详细的论述。实现了三台衍射仪的兼容运行，并以 MoS_2 样品为例介绍了掠入射衍射仪的典型实验结果。目前该掠入射衍射仪已经稳定运行超过 2 年，完善了上海光源的掠入射衍射实验条件，为材料表面科学研究提供了更丰富的实验平台。

关键词 X 射线衍射，同步辐射，精密仪器

中图分类号 TL99

DOI:

chinaXiv:202309.00113v1

Development of a grazing incidence x-ray diffractometer for BL02U2 at SSRF

LIAO Keliang[1] ZHENG Xu[2] LI Zhao[2] XUE Zhipeng[2] YIN Guangzhi[2] ZHANG Xinmin[2] LI Xiaolong[2] GU Yueliang[2] ZHU Peiping[2]

1(*Jinan Hanjiang opto-electronics Technology Company Ltd., Jinan 250002, China*)

2(*Shanghai Advanced Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China*)

Abstract **[Background]**: Two x-ray diffractometers produced by HUBER company have been installed at BL02U2 of Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF). **[Purpose]**: In order to further meet the needs of users for grazing incidence diffraction experimental methods, a new grazing incidence diffractometer was installed between the two HUBER diffractometers. **[Methods]**: This paper mainly introduces the overall scheme of the grazing incidence diffractometer, and discusses in detail several important modules such as high-precision, high-load and large-stroke linear stage, three-dimensional adjustment platform for detector, sample stage system, and the control system. **[Results]**: The compatible operation of three diffractometers was realized, and the typical experimental result of the grazing incidence diffractometer with MoS_2 sample was introduced as an example.

国家自然科学基金项目(No.11875315)、国家重点研发计划(2022YFA160390)、济南市海右名家产业领军人才工程(2022 年度)、山东省企业技术创新项目(No.202350100372)、山东省科技型中小企业创新能力提升工程（No.2023TSGC0093）资助

共同第一作者：廖可梁，男，1989 年出生，2016 年于中国科学院大学获博士学位，研究领域为 X 射线科学仪器的研发

郑旭，女，1994 年出生，2020 年毕业于上海电力大学，现为博士研究生，研究领域为同步辐射衍射实验方法

共同通讯作者：李晓龙，E-mail: lixiaolong@zjlab.org.cn；顾月良，E-mail: guyl@sari.ac.cn

收稿日期：20XX-00-00，修回日期：20XX-00-00

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.11875315), National Key R&D Program of China(2022YFA160390), Jinan Haiyou Industry Leading Talent Project(2022), Enterprise Technology Innovation Project of Shandong Province(No.202350100372), Innovation Promotion Project of SME in Shandong Province(No.2023TSGC0093)

Co-first author: LIAO Keliang, male, born in 1989, graduated from University of Chinese Academy of Sciences in 2016 with a doctorate in philosophy, focusing on development of x-ray scientific instrument

ZHENG Xu, female, born in 1994, graduated from Shanghai University of Electric Power in 2020，doctoral student，focusing on synchrotron radiation diffraction experimental technology

Co-corresponding author: LI Xiaolong, E-mail: lixiaolong@zjlab.org.cn; GU Yueliang, E-mail: guyl@sari.ac.cn

Received date: 20XX-00-00, revised date: 20XX-00-00

[Conclusions]: The grazing incidence x-ray diffractometer developed has been operated more than two years, and expands the experimental platform for material surface science research at SSRF.

Key words X-ray diffraction, Synchrotron radiation, Precision instrument

掠入射 X 射线衍射技术（GIXRD）是一种新颖的薄膜测试技术。自 1979 年 Marra 等人第一次应用 X 射线掠入射衍射方法研究分子束外延生长 Al/GaAs 薄膜界面的晶格弛豫以来[1]，该方法以其在材料表面结构表征领域的独特优势而获得了广泛的应用。

当单色 X 射线以小于材料全反射临界角的掠入射角度入射到样品表面时，在样品表面发生全反射，X 射线的穿透深度仅有几个原子层[2-3]。此时 X 射线仅在样品表面发生衍射，而样品的体结构衍射信号受到很大程度地抑制，因此 X 射线掠入射衍射技术是一种对表面极其敏感的衍射技术。同时，可以通过调节 X 射线的掠入射角来改变 X 射线的穿透深度。结合先进的 X 射线光子计数型面探测器，可以快速采集样品的高分辨衍射图谱信号。利用各种成熟的数据解析模型，可以分析样品的结晶信息，例如晶型、取向、结晶度、微晶尺寸、微晶的层序分布等[4]。该技术可广泛应用于各种外延薄膜、量子点、超晶格、有机薄膜的面内结构表征[5-8]。

随着 GIXRD 实验需求的增加，多种专门用于表面和界面研究的 X 射线衍射仪被设计出来[9-12]。这些衍射仪大多基于四圆布局，其中两个旋转轴用于样品的调节，另外两个旋转轴用于探测器的扫描。这些基于四圆布局的掠入射衍射仪，样品旋转轴和探测器旋转轴需要同心，使得衍射仪的结构相对复杂。另外，将探测器从一个散射方向移动到另一个方向的过程中需要消耗一定时间，不适用于对时间分辨要求高的实验。随着 X 射线光子计数型面探测器的普及，使得无需旋转探测器，即可快速获得高分辨率的衍射图谱信号。

研制了一台基于光子计数型面探测器的掠入射 X 射线衍射仪，该衍射仪采用高精度重载大行程位移台实现衍射仪的整体移动，以微米级的重复定位精度将其移入、移出光路，方便该衍射仪与上海光源 BL02U2 表面衍射线站其他两台 HUBER 衍射仪（一台多功能衍射仪，一台液体衍射仪）的兼容运行。该衍射仪还包括样品台系统、样品台底座组件、氦气氛腔体、X 射线狭缝、光子阻挡器组件，Pilatus2M 面探测器，探测器三维调节平台。其中，样品台及氦气氛腔体适用于不同气氛、不同原位条件的掠入射衍射实验。进一步，详细介绍应用该衍射仪采集的 MoS_2 样品的 X 射线衍射图谱信号及其结果分析。该掠入射衍射仪的搭建完善了上海光源的掠入射衍射实验条件，为薄膜样品的物性研究提供了更丰富的实验平台。

1 掠入射衍射仪的设计

1.1 基本原理

如图 1 所示，光束线上游传输而来的单色 X 射线经过狭缝后入射到样品表面，当满足全反射条件时，样品表面的衍射信号被下游的二维面探测器采集。而直通光则被放置在探测器前的光子阻挡器吸收。本文所述的掠入射衍射仪的样品台系统需要配备ΘX、ΘY 两个维度的角位台，以调整 X 射线相对于样品表面的掠入射角度，并实现样品的调平。上述二维角位台上需安装升降台（Z 轴）和平移台（X 轴），其中升降台用于调节样品至角位台的回转中心，并进行切光调节，而平移台则用于切换样品。

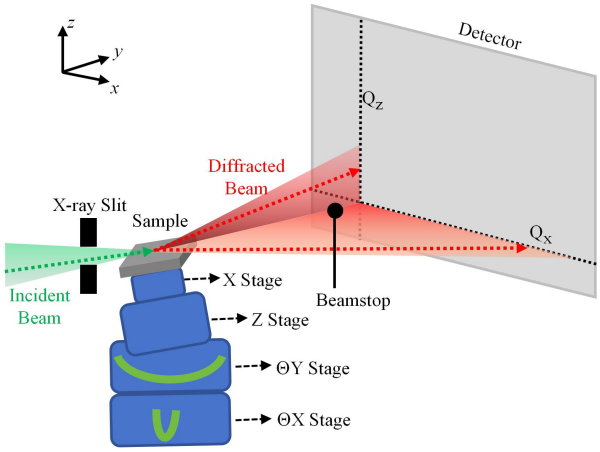

图 1 掠入射 X 射线衍射的原理图

chinaXiv:202309.00113v1

Fig.1　Schematic diagram of grazing incidence x-ray diffraction.

1.2　系统方案设计

研制的掠入射 X 射线衍射仪主要由高精度重载大行程位移台、样品台系统、样品台底座组件、X 射线狭缝、氦气氛腔体、Pilatus2M 探测器、探测器三维调节平台、光子阻挡器组件构成，如图 2 所示。其中，Pilatus2M 探测器安装在探测器三维调节平台上，用于实现探测器的三维调节。样品台系统、X 射线狭缝则安装在氦气氛腔体内部。氦气氛腔体为掠入射衍射仪的可选部件，仅在实验样品易氧化的情形下使用。氦气氛腔体主要由亚克力腔体、风琴罩伸缩组件、电气馈入接头模块组成。亚克力腔体采用粘接工艺制成，具有良好的气密性，虽然承压能力弱，但是质量轻、透明、易于安装和维护。亚克力腔体和探测器之间是可伸缩的风琴罩组件。氦气氛腔体可以根据具体的实验要求选择是否安装，当样品对实验环境无特殊要求时可以拆下，以便用户更换样品。氦气氛腔体下面是样品台底座组件，该底座组件由一套铝合金支架和电控升降台组成。样品台底座组件、探测器三维调节平台均安装在高精度重载大行程平移台的台面上。

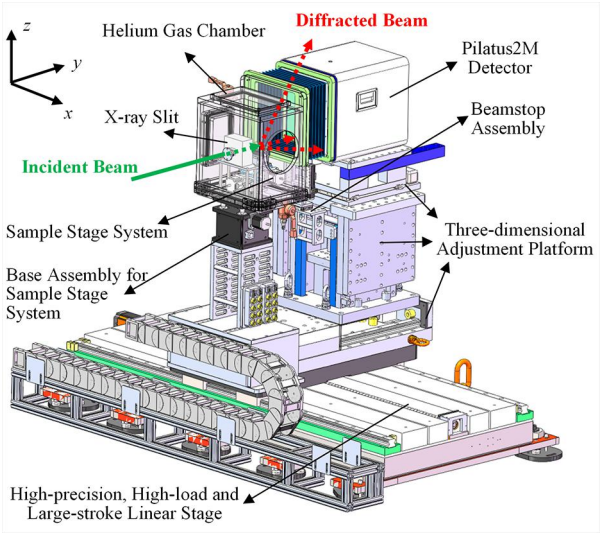

图 2　掠入射 X 射线衍射的方案设计图

Fig.2 Scheme design of grazing incidence X-ray diffractometer.

掠入射衍射实验开始之前，需要将样品台系统旋转轴的回转中心调节到与光路对齐，即沿 X 轴、Z 轴两个方向对旋转轴进行初始校准。该衍射仪主要通过样品台底座组件的升降台实现旋转轴在垂直方向的校准，并通过位于最底部的高精度重载大行程位移台实现水平方向的校准。探测器调节平台可以实现探测器的三维运动调节，其中 Y 轴平移台主要用于调节样品和探测器之间的距离。由于 Pilatus2M 探测器由若干独立的探测模块组装而成，相邻探测模块之间存在间隙，因此探测器调节平台中的 X 轴平移台与升降台还可以用于采集多张衍射图像，并通过图像拼接技术消除上述间隙。该掠入射衍射仪主要调节部件的参数，包括运动轴的行程、分辨率，如表 1 所示。

表 1　主要调节部件的参数

Table 1　Parameters of major adjustment components

运动轴 Axis		行程 Stroke	分辨率 Resolution
样品调节 Sample adjustment	X	100mm	1μm
	Z	10mm	0.5μm
	ΘY	±15°	0.001°
	ΘX	±10°	0.001°
旋转轴校准 Alignment of rotation Axes	Z	50mm	0.5μm
	X	1500mm	1μm
探测器调节 Detector Adjustment	X	50mm	1μm
	Y	500mm	1μm
	Z	25mm	0.5μm

chinaXiv:202309.00113v1

根据上述设计布局，整套掠入射衍射仪可以在高精度重载大行程平移台的调节下移入、移出光路。上海光源 BL02U2 表面衍射线站安装了两套德国 HUBER 公司的衍射仪，本文设计的这套掠入射衍射仪安装在两套 HUBER 衍射仪之间。目前三套衍射仪均已完成安装调试和验收，并向用户开放，且能实现兼容运行，如图 3 所示。首先，当 BL02U2 线站工作在第一套 HUBER 衍射仪模式下时，本文介绍的掠入射衍射仪的样品台、氦气氛腔体、狭缝等模块需要拆下，并将 Pilatus2M 探测器移动到与第一套 HUBER 衍射仪相匹配的位置（具体位置由实验条件确定），如图 3.a 所示。第二，当 BL02U2 线站工作在掠入射衍射仪的模式下时，第一套 HUBER 衍射仪需要拆下样品组件，并将光路让开；而掠入射衍射仪则需要整体移入光路，如图 3.b 所示。第三，当 BL02U2 线站工作在第二套 HUBER 衍射仪模式下时，本文介绍的掠入射衍射仪需要完全移出光路，如图 3.c 所示。

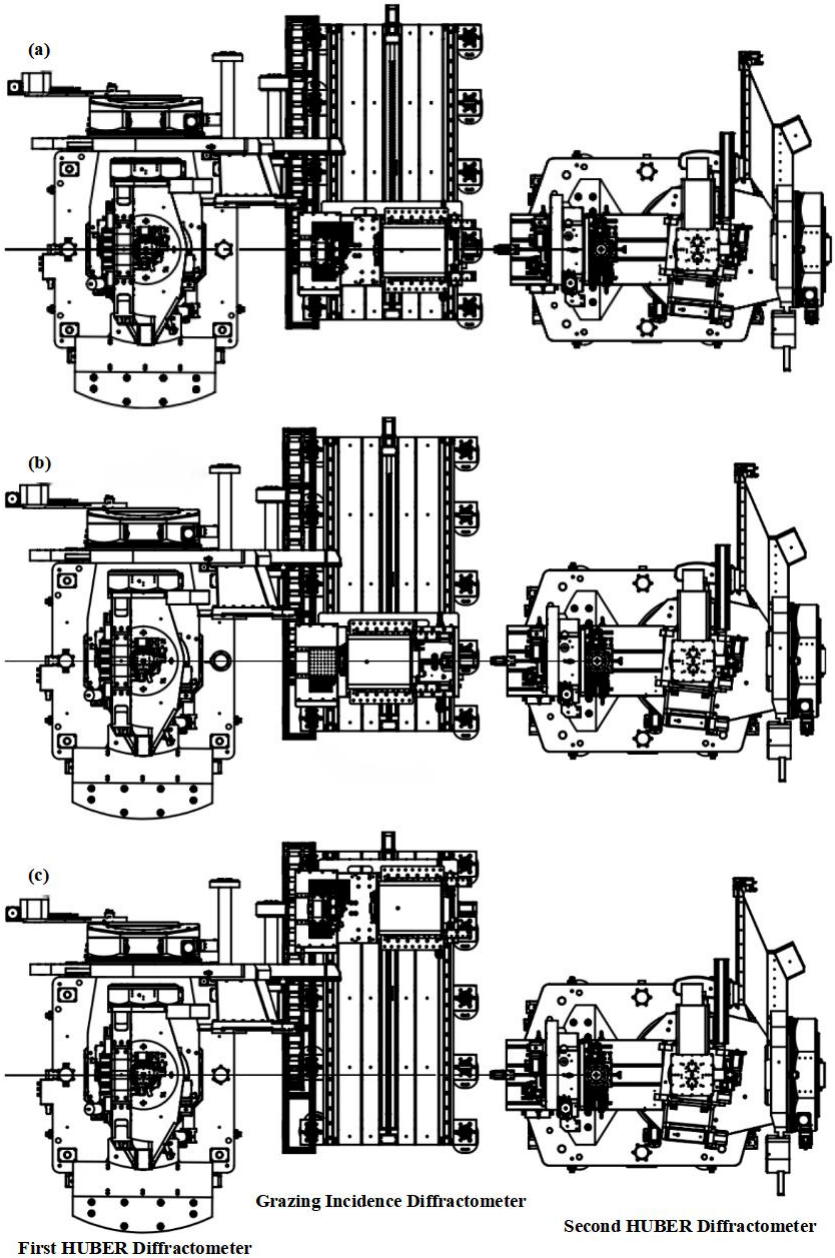

图 3 BL02U2 线站三台衍射仪兼容运行示意图

(a)第一台 HUBER 衍射仪工作模式，(b)掠入射衍射仪工作模式，(c)第二台 HUBER 衍射仪工作模式

Fig.3 Schematic diagram of compatible operation of three diffractometers at BL02U2.

(a)Working mode of the first HUBER diffractometer, (b)Working mode of the grazing incidence diffractometer, (c)Working mode of the second HUBER diffractometer.

chinaXiv:202309.00113v1

2 X 射线掠入射衍射仪的研制

本节介绍掠入射衍射仪的研制细节，针对几个重要模块进一步阐述，包括高精度重载大行程位移台、探测器三维调节平台、样品台系统、控制系统等。最后对该掠入射衍射仪的性能参数进行总结。

2.1 高精度重载大行程位移台

高精度重载大行程位移台是掠入射衍射仪的重要组成部分，是 BL02U2 表面衍射线站实现三台衍射仪兼容运行的关键模块。为了满足兼容运行的要求，位于衍射仪底部的高精度重载大行程位移台应该具备将掠入射衍射仪整体移出、移入光路的能力，同时还必须具备较高的重复定位精度，确保衍射仪复位后无需进行额外的调节，以节省宝贵的同步辐射机时。

该位移台的行程为 1.5m，分辨率优于 1μm，重复定位精度±1μm，直线度优于±15μm，载荷大于 1 吨。底座采用了无缝钢管焊接方案，共设计了 10 套地脚用于支撑。焊接框架的材料为 Q345B，焊后进行了去应力退火处理。选用上银的 HGH45 系列直线导轨，导轨面加装了防尘钢带。底座的导轨安装基准面采用数控龙门加工中心一次装夹，并经过粗铣、精铣两道工序加工而成。同时，考虑到 BL02U2 线站安装了多台衍射仪，空间十分紧促，在导轨和传动丝杆之间安装了铝型材脚踏板，方便工作人员和用户行走，如图 4 所示。

高精度重载大行程位移台除了将衍射仪以较高的精度移入、移出光路外，另一个重要的功能是对样品台系统的旋转轴进行水平方向的校准。由于该位移台采用了高精度、高刚性的设计思路，所以具备微米尺度的最小增量运动的能力，完全可以满足旋转轴水平方向初始校准的功能要求。

图 4 高精度重载大行程位移台

Fig.4 High-precision, high-load and large-stroke linear stage.

2.2 探测器三维调节平台

探测器三维调节平台主要包含 X、Y、Z 三轴电控运动台，如图 5 所示。其中，Y 轴平移台的行程为 500mm，分辨率优于 1μm，重复定位精度±1μm，直线度优于±10μm，载荷大于 500kg；Y 轴主要用于调节样品和 Pilatus2M 探测器之间的距离。Z 轴升降台的行程为 25mm，分辨率优于 0.5μm，重复定位精度优于±1μm，直线度优于±10μm，载荷大于 300kg；Z 轴主要用于调节 Pilatus2M 探测器、光子阻挡器组件的高度。X 轴平移台的行程为 50mm，分辨率优于 1μm，重复定位精度优于±1μm，直线度优于±10μm，载荷大于 300kg；X 轴主要用于调节 Pilatus2M 探测器的横向位置。

除了实现探测器的三维调节外，X 轴和 Z 轴联合运动，并配合图像拼接技术，可以消除 Pilatus2M 探测器相邻探测模块之间的图像间隙。同时，虽然 Y 轴平移台具有 500mm 的行程，但实际使用时，为了防止探测器与样品模块发生碰撞，通过控制系统的软限位功能将 Y 轴的行程设置为 230mm，并保证样品到探测器之间的距离在 220-450 mm 之间可调。该设置满足了绝大部分用户的需求。对于少数用户的特殊需求，也可以修改软限位参数，增加 Y 轴的行程。

chinaXiv:202309.00113v1

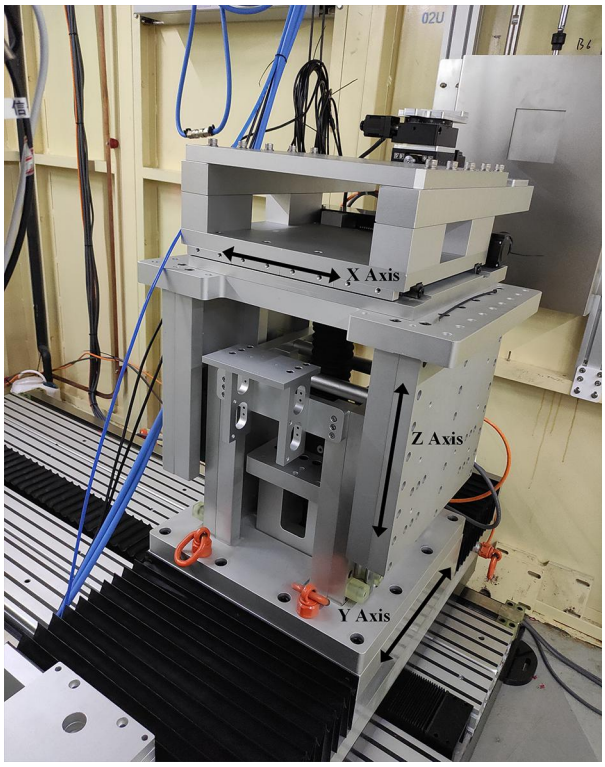

图 5 探测器三维调节平台

Fig.5 Three-dimensional adjustment platform for detector.

2.3 样品台系统

在样品台底座组件上安装有样品台系统，当衍射仪没有安装氦气氛腔体时，样品台的实物如图 6 所示。样品台共包含ΘX、ΘY 两个维度的角位台，且这两个角位台具有共同的回转中心，回转中心与角位台的台面距离为 95mm。ΘX 的行程为±10°，分辨率 0.001°，重复精度 0.01°；ΘY 的行程为±15°，分辨率 0.001°，重复精度 0.01°。角位台上安装了一个行程为 10mm 的升降台，其分辨率优于 0.5μm，重复定位精度±1μm；升降台上则安装了行程为 100mm 的平移台（X 轴），其分辨率优于 1μm，重复定位精度优于±1μm。样品台系统的四轴调节台可以保证样品高度与二维角位台回转中心重合，利用升降台实现样品的切光，并依靠 X 轴平移台实现样品切换。光子阻挡器组件安装在探测器前面，主要由 X、Z 二维电控运动台、直径 1mm 的钨钢支撑杆、不锈钢材质的光子阻挡器组成，如图 6 所示。光子阻挡器与探测器之间相距约 4mm 左右。

对于掠入射衍射仪而言，样品台旋转轴的初始校准也十分重要。其中旋转轴的水平校准已经在 2.1 节中进行了介绍，而垂直方向的校准则是通过样品台底座组件的升降台来实现的。该升降台的行程为 50mm，采用了减速机升降结构，分辨率优于 0.5μm。

chinaXiv:202309.00113v1

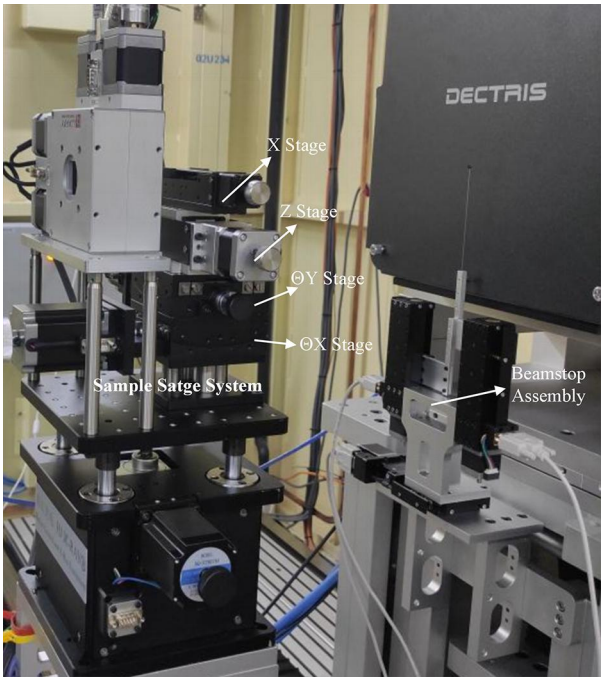

图 6 样品台系统和光子阻挡器组件

Fig.6 Sample stage system and beam stop assembly.

2.4 控制系统

掠入射 X 射线衍射仪的控制系统架构如图 7 所示。其中，运动控制系统涉及到的硬件模块有 VME 机箱（64 位）、MVME5500 中央处理器、Maxv8000 控制卡、SMD200Y 两相步进电机驱动器、SMD500Y 五相步进电机驱动器，步进电机等。数据采集系统硬件包括机架服务器（Linux 操作系统）、Pilatus2M 探测器等。

控制系统以 SPEC 程序作为用户操作接口，实现对衍射仪各位移台的运动控制以及 Pilatus2M 面探测器的数据采集。运动控制系统以一个 IOC 程序的形式运行在以 VME 机箱为基础的 VxWorks 实时操作系统中。而探测器的数据采集系统则以一个软 IOC 程序的形式运行在 Dell 机架式服务器中，该服务器安装了 Linux 操作系统。SPEC 程序的自身接口调用 EPICS 的通道访问库文件实现对上述两个 IOC 中通道变量的修改和读取，从而控制相应的硬件，实现设定的操作。

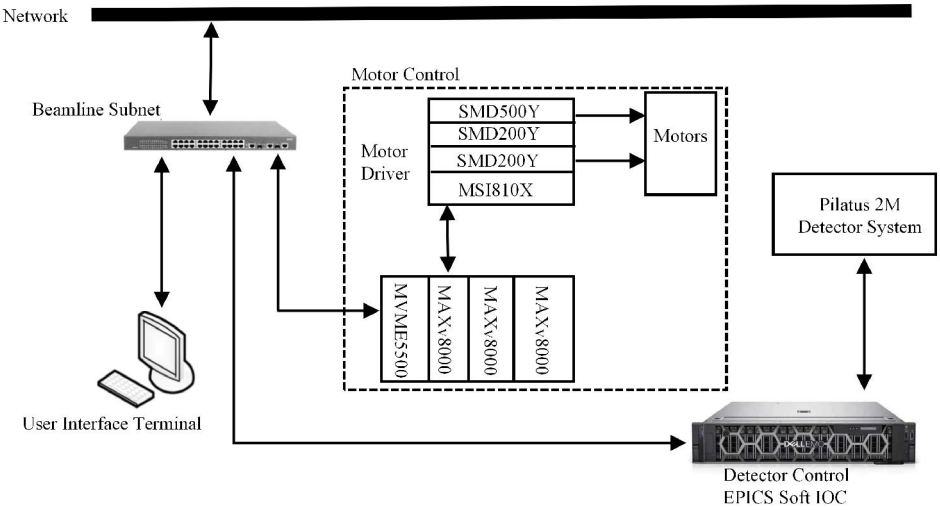

图 7 掠入射衍射仪的控制系统架构

Fig.7 Control system architecture of grazing incidence diffractometer.

chinaXiv:202309.00113v1

2.5 掠入射衍射仪性能参数总结

掠入射 X 射线衍射仪的实物如图 8 所示，其中图 8(a)为 BL02U2 线站工作在第一台 HUBER 衍射仪的模式下，此时掠入射衍射仪的样品台、X 射线狭缝、氦气氛腔体等均被拆下，而 Pilatus2M 探测器则配合前面的 HUBER 衍射仪一起工作。图 8(b)为 BL02U2 线站工作在掠入射衍射仪模式下，此时掠入射衍射仪整体移入光路，且 X 射线狭缝前面安装了真空管道以减少空气对 X 射线的吸收和杂散。图 8(c)为 BL02U2 线站工作在第二台 HUBER 衍射仪模式下，此时掠入射衍射仪整体移出光路。

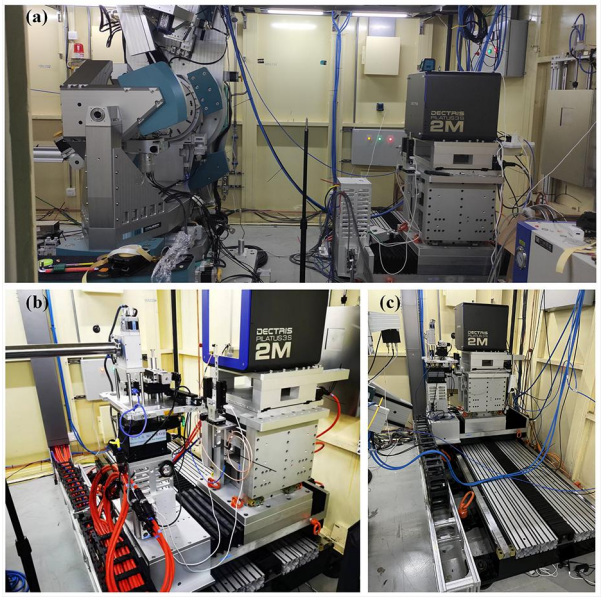

图 8 掠入射衍射仪实物图

(a)掠入射衍射仪拆下样品台和狭缝组件，(b)掠入射衍射仪移入光路，(c)掠入射衍射仪移出光路

Fig.8 Diagram of the GIXRD.

(a) the grazing incidence diffractometer without the sample stage system and the x-ray slit , (b) the grazing incidence diffractometer moves into the optical path, and (c) the grazing incidence diffractometer moves out of the optical path.

表 2 掠入射衍射仪的性能参数

Table 1 Specifications of the grazing incidence diffractometer

参数 Parameters	参数值 Value
X 射线能量 X-ray energy	4.8-28keV
探测器面积 Detector area	254 × 289 mm^2（H×V）
像素个数 Pixel number	1475 × 1679（H×V）
像素尺寸 Pixel size	172 × 172 μm^2
样品到探测器距离 Distance between sample to detector	220-450 mm
探测器时间分辨 Temporal resolution of detector	50 ms
最大探测角度 Maximum diffraction angle	52°

表 2 为该掠入射衍射仪的主要性能参数总结。其中，单色 X 射线的能量范围为 4.8-28keV，且连续可调。所配备的 Pilatus2M 光子计数型探测器的探测面积为 254 × 289 mm^2（H×V），像素数目为 1475 × 1679

chinaXiv:202309.00113v1

（H×V），像素尺寸为 172 × 172 μm²，探测器的时间分辨为 50ms。样品到探测器的距离为 220-450 mm。探测器的最大探测角度为 52°。目前该衍射仪已经在上海光源 BL02U2 表面衍射线站稳定运行超过 2 年的时间，产出了一批重要的科研成果[13-15]。

3 MoS_2 的掠入射衍射实验

3.1 MoS_2 的掠入射衍射实验简介

我们在上海光源表面衍射线站 BL02U2 完成了仪器的安装与调试工作，并基于该仪器开展了 MoS_2 的掠入射衍射测试工作。将 MoS_2 粉末溶解于乙醇中，超声分散后滴在硅片上，自然晾干后置于 BL02U2 掠入射衍射仪样品台上，如图 9(a)所示。入射 X 射线通过单色器调整为能量 10 keV，掠入射角度设置为 0.5 度，Pilatus2M 探测器采集时间设置为 10s。

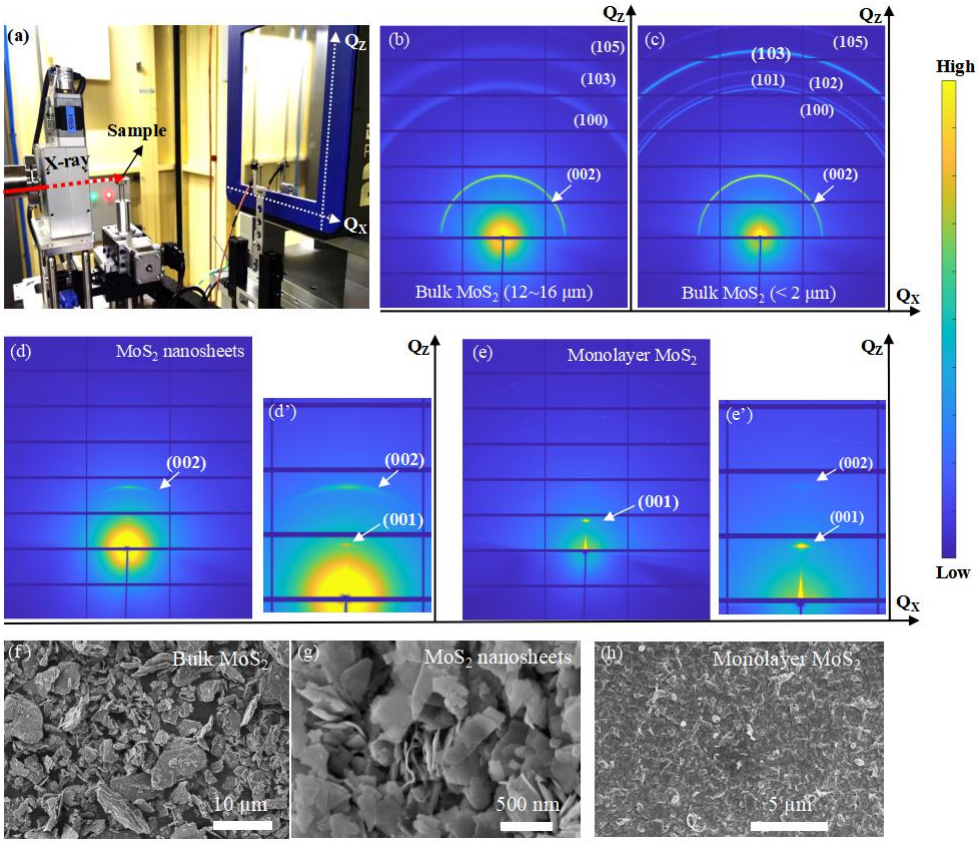

图 9 MoS_2 的掠入射 X 射线衍射实验：(a)测试装置图，(b)块状 MoS_2 粉末（片径 12~16 μm），(c) 块状 MoS_2 粉末（片径<2 μm），(d, d')溶剂热剥离的 MoS_2 纳米片，(e, e')锂插层法制备的单层 MoS_2。(f-h) 扫描电子显微镜下分别拍摄的块状 MoS_2、MoS_2 纳米片和单层 MoS_2 粉末。

Fig.9 Grazing incidence X-ray diffraction experiments of MoS_2: (a) test device diagram, (b) bulk MoS_2 powder (sheet diameter 12 ~ 16 μm), (c) bulk MoS_2 powder (sheet diameter < 2 μm), (d, d') solvothermally exfoliated MoS_2 nanosheets, (e, e') monolayer MoS_2 prepared by lithium intercalation. (f-h) Scanning electron microscopy (SEM) of bulk MoS_2, MoS_2 nanosheets and monolayer MoS_2 powder.

3.2 实验结果

图 9(b)和 9(c)分别是片径 12~16 μm 和<2 μm 的 MoS_2 粉末（麦克林，上海）的掠入射 X 射线衍射二维图像。MoS_2 的(002)晶面显示出衍射半圆环，说明 MoS_2 粉末是均匀堆积分布在衬底硅片上。值得注意的一点，与图 9(c)相比，图 9(b)中的(100)和(103)衍射环明显宽化，且(100)和(101)衍射信号重合在一起。这是因为 12 μm 大片径 MoS_2 沿着(100)晶面优势取向造成的分布结果。图 9(f)的块状 MoS_2 粉末的 SEM 图显示了不同片径的 MoS_2 粉末的分布结果。因此，可以得出通过衍射信号分布和衍射信号宽化反映出的 MoS_2 粉末空间分布和颗粒尺寸特性，二维图呈现效果比一维粉末 X 射线衍射谱更为直观。

chinaXiv:202309.00113v1

为了进一步凸显出这种掠入射 X 射线衍射的优势，我们继续对 MoS_2 纳米片和单层 MoS_2 进行了表征分析，两者的 SEM 图如图 9(g, h)所示。将<2 μm 的 MoS_2 进行溶剂热法剥离得到 MoS_2 纳米片[16]，衍射图如图 9(d)所示。MoS_2 纳米片的(002)信号并非是完整的衍射半圆环，而是分布在 Q_Z 方向上的衍射环。这说明 MoS_2 纳米片更容易沿着(001)晶面堆积在硅片表面。同时，MoS_2 的(100)到(105)晶面衍射信号几乎没有，是因为剥离的 MoS_2 纳米片层数很少，无法在 Q_X 方向上对 X 射线产生散射所致。此外，图 9(d')显示有少许(001)衍射环，这是单层 MoS_2 贴在硅片上形成的衍射信号。

进一步，将锂插层法制备的单层 MoS_2（先丰纳米，江苏南京）进行表征。图 9(e, e')显示出最强的衍射信号是 MoS_2 的(001)衍射环，且基本分布在 Q_Z 方向上。结果表明，亚稳态的单层 MoS_2 的分布是沿着垂直于硅衬底的方向吸附在硅片表面。图 9(e')显示有微弱的(002)信号存在，这是由于极少量的单层 MoS_2 团聚成多层 MoS_2 所产生的多级衍射信号。图 9(f)的单层 MoS_2 粉末的 SEM 图显示了亚稳态的单层 MoS_2 在干燥粉末状态下会容易发生团聚。

4 结语

本文的主要工作是设计和搭建了一套掠入射 X 射线衍射仪，该衍射仪专门针对表面衍射相关科学研究而优化。通过重载高精度大行程的位移台实现了衍射仪的整体移入、移出光路。该衍射仪可以与上海光源 BL02U2 线站另外两台衍射仪实现兼容运行。我们以 MoS_2 样品为例介绍了该掠入射衍射仪的典型实验结果。实验结果表明基于 X 射线光子计数型面探测器的掠入射衍射仪，是研究粉末、薄膜和二维材料微结构的极佳手段[17]。该衍射仪的搭建进一步完善了上海光源 BL02U2 线站的掠入射衍射实验条件。

致谢 感谢济南汉江光电科技有限公司仪器部的工作人员对此掠入射衍射仪的安装调试工作的大力支持。

作者贡献声明 廖可梁：负责衍射仪的方案设计、搭建和调试，文章的起草和修订；郑旭：负责实验部分，负责文章最终版本的修订；李钊：参与方案论证、实验环节，文章的起草；薛志鹏：参与方案论证、实验环节，文章的起草；阴广志：参与方案论证、实验环节，文章的起草；张兴民：参与方案论证、实验环节；李晓龙：参与项目的监督和管理，研究的设计与提出；顾月良：负责项目的监督和管理，研究的设计与提出；朱佩平：负责文章最终版的修订。

参考文献

[1] Marra W C , Eisenberger P, Cho A Y . X-ray total external reflection Bragg diffraction: A structural study of the GaAs - Al interface[J]. Journal of Applied Physics, 1979, 50(11):6927-6933. DOI：10.1063/1.325845

[2] Parratt L G. Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays[J]. Physical Review, 1954, 95(2):359-369. DOI：10.1103/PhysRev.95.359

[3] H. Dosch. Evanescent absorption in kinematic surface Bragg diffraction.[J]. Physical Review B,1987, 35, 2137.DOI: 10.1103/PhysRevB.35.2137

[4] Akhilesh Pandey1, Sandeep Dalal, Shankar Dutta et al. Structural characterization of polycrystalline thin films by X-ray diffraction techniques[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2021, 32:1341–1368. DOI: 10.1007/s10854-020-04998-w

[5] Schumann T , Dubslaff M , Jr M , et al. The effect of the buffer layer coupling on the lattice parameter of epitaxial graphene on SiC(0001)[J]. Physical Review B, 2014, 90(4):41403-41403. DOI: 10.1103/physrevb.90.041403

[6] Metzger T H , Kegel I , Paniago R , et al. Grazing incidence X-ray scattering: an ideal tool to study the structure of quantum dots[J]. Journal of Physics D Applied Physics, 1999, 32(10A):202-207. DOI: 10.1088/0022-3727/32/10A/339

[7] Li J , Holý, Václav, Meduňa, Mojmír. Lateral composition modulation in (InAs)n/(AlAs)m short-period superlattices investigated by high-resolution X-ray scattering[J]. Physical Review B, 2002, 66:115312. DOI: 10.1103/PhysRevB.66.115312

[8] Tsai E , Xia Y , Fukuto M , et al. Grazing-incidence X-ray diffraction tomography for characterizing organic thin

chinaXiv:202309.00113v1

films.[J]. Journal of Applied Crystallography, 2021,54:1327-1339. DOI: 10.1107/S1600576721007184

[9] Brennan S , Eisenberger P . A novel X-ray scattering diffractometer for studying surface structures under UHV conditions[J]. Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, 1984, 222(1-2):164-167. DOI ：10.1016/0167-5087(84)90521-0

[10] Fuoss P H , Robinson I K . Apparatus for X-ray diffraction in ultrahigh vacuum[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, 1984, 222(1-2):171-176. DOI：10.1016/0167-5087(84)90523-4

[11] Vlieg E , Ent A V , Jongh A P D , et al. An ultrahigh-vacuum chamber for surface X-ray diffraction combined with MBE[J]. Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, 1987, 262(2-3):522-527. DOI：10.1016/0168-9002(87)90894-1

[12] Ferrer, S, Comin . Surface diffraction beamline at ESRF.[J]. Review of Scientific Instruments, 1995. 66: 1674–1676. DOI: 10.1063/1.1145879

[13] C. Y. Li, D.Li, W. F. Zhang, H. Li, G. Yu. Towards High-Performance Resistive Switching Behavior through Embedding a D-A System into 2D Imine-Linked Covalent Organic Frameworks. Angew. Chem. Int. Ed. 2021, 60, 27135–27143. DIO : 10.1002/anie.202217249

[14] Y. Sun, Z. Lian, Z. Ren, Z. Yao, Y. Yin, P. Huai, F. Zhu, Y. Huang, W. Wen, X. Li, R. Tai and D. Zhu, Proton-Dominated Reversible Aqueous Zinc Batteries with an Ultraflat Long Discharge Plateau. ACS nano 2021, 15 (9), 14766-14775. DIO : 10.1021/acsnano.1c04636

[15] Y. Xu, Q. Xie, J. Fan, Y. Gu, X. Li, Z. Liu and H. Jiang. PEG-induced orientation enhancement of supported lipid multi-bilayers revealed by surface X-ray diffraction. Surfaces and Interfaces 2022, 29, 101762. DIO: 10.1016/j.surfin.2022.101762

[16] B. Li, Z. Li, H. Chen, X. Zhang, S. Wu, H. Xu, Y. Yao, Y. Li, X. Li, Z. Hu, R. M. Laine, J. Zou, K. Zhang. Li^{+} additive accelerated structural transformation of MoS_2 cathodes for performance-enhancing rechargeable Mg^{2+} batteries Materials Today Energy 2022, 27: 101047.DOI: 10.1016/j.mtener.2022.101047

[17] Z. Li, R. Wang, S. Wu, Z. Xue, D. Zhu, J. Zou, X. Li. In situ observation of metal ion interactions with graphene oxide layers: From the growth of metal hydroxide to metal oxide formation. Carbon 2021, 184, 721. DOI: 10.1016/j.carbon.2021.08.073

chinaXiv:202309.00113v1